



(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: 0 581 235 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 93111962.2

(51) Int. Cl.⁵: C09C 1/64, C09D 17/00,
C09D 7/12

(22) Anmeldetag: 27.07.93

(30) Priorität: 30.07.92 AT 1547/92

(71) Anmelder: Vianova Kunsthars
Aktiengesellschaft
Bundesstrasse 175
A-8402 Werndorf(AT)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
02.02.94 Patentblatt 94/05

(72) Erfinder: Wilfinger, Werner, Dr.
Händelstrasse 52
A-8042 Graz(AT)

(60) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE DE ES FR GB IT

(54) Verfahren zur Stabilisierung von Aluminiumpigmenten.

(57) Das in der AT-PS 386 000 beschriebene Verfahren zur Stabilisierung von Aluminiumpigmenten durch Mischung mit gegebenenfalls (teil)neutralisierten Carboxyalkylenphosphorsäureestern und/oder Carboxyalkylenphosphonsäuren und/oder -phosphinsäuren wird dahingehend modifiziert, daß man die auf diese Art stabilisierten Aluminiumpigmente mit einer säurehärrenden Bindemittelkombination aus einem Hydroxylgruppen aufweisenden Harz und einem Aminharz mischt und diese Mischungen während 2 bis 24 Stunden bei 40 bis 80 °C reifen läßt.

Durch diesen zusätzlichen Verfahrensschritt wird eine weitere Verbesserung der Beständigkeit von Aluminiumpigmenten in wässrigen oder nichtwässrigen Lackzubereitungen erreicht.

EP 0 581 235 A1

Aus der AT-PS 386 000 ist ein Verfahren zur Stabilisierung von Aluminiumpigmenten für die Verwendung in Wasserlacken mittels Phosphorsäurederivaten bekannt, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man das Aluminiumpigment, gegebenenfalls in Gegenwart eines Netzmittels und/oder organischer Lösemittel und/oder von Wasser, mit 0,1 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise mit 1 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das 5 Aluminiumpigment, eines gegebenenfalls (teil)neutralisierten Carboxyalkylenphosphorsäureesters der Formel



und/oder einer Carboxyalkylenphosphonsäure und/oder einer Carboxyalkylenphosphinsäure der Formel

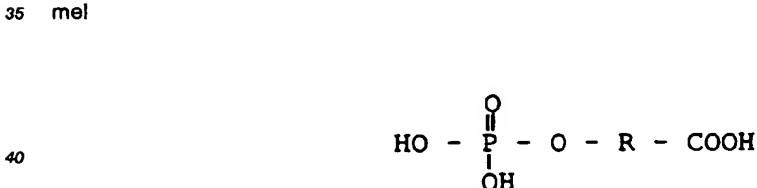


20

wobei R einen unverzweigten oder verzweigten, gegebenenfalls halogensubstituierten Alkylenrest mit 2 bis 17 C-Atomen und R₁ eine Hydroxylgruppe oder ein Wasserstoffatom bedeutet, mindestens 30 Minuten bei Raumtemperatur mischt und den Ansatz anschließend mindestens 12 Stunden bei Raumtemperatur reifen 25 läßt.

Es wurde nun gefunden, daß diese Stabilisierung noch wesentlich verbessert und damit eine Langzeitschutzwirkung für Aluminiumpigmente in wäßrigen und nichtwäßrigen Lackzubereitungen auch unter extremen Bedingungen erreicht werden kann, wenn nach der Stabilisierung des Aluminiumpigments mit dem 30 Phosphorsäurederivat ein zusätzlicher Beschichtungsvorgang mit einer säurehärtenden Bindemittelkombination vorgenommen und im Anschluß daran eine weitere Reifung durchgeführt wird.

Die Erfindung betrifft demgemäß ein Verfahren zur Stabilisierung von Aluminiumpigmenten, wobei man 35 das Aluminiumpigment, gegebenenfalls in Gegenwart eines Netzmittels und/oder organischer Lösemittel und/oder von Wasser, mit 0,1 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise mit 1 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Aluminiumpigment, eines gegebenenfalls (teil)neutralisierten Carboxyalkylenphosphorsäureesters der Formel



und/oder einer Carboxyalkylenphosphonsäure und/oder einer Carboxyalkylenphosphinsäure der Formel



50

wobei R einen unverzweigten oder verzweigten, gegebenenfalls halogensubstituierten Alkylenrest mit 2 bis 17 C-Atomen und R₁ eine Hydroxylgruppe oder ein Wasserstoffatom bedeutet, mindestens 30 Minuten bei Raumtemperatur mischt und den Ansatz anschließend mindestens 12 Stunden bei Raumtemperatur reifen 55 läßt, gemäß der AT-PS 386 000, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man ein derartig vorbehandeltes Aluminiumpigment mit vorzugsweise aprotischen Lösungsmitteln auf einen Metallgehalt von 10 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise von 20 bis 30 Gew.-%, verdünnt bzw. aufschlämmt, anschließend langsam und portions-

weis 5 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Metallpigment, einer säurehärrenden Bindemittelkombination, welche aus 60 bis 90 Gew.-% eines Hydroxylgrupp n - entsprechend einer Hydroxylzahl zwischen 30 und 200 mg KOH/g - aufweisenden Harzes und aus 40 bis 10 Gew.-% einer Vernetzungskomponente auf der Basis eines Aminoharzes besteht, wobei sich die angegebenen Zahlen für die Gewichtsprozente jeweils auf den Feststoffgehalt der Bindemittel beziehen, zugibt, die Mischung einer weiteren Reifung während 2 bis 24 Stunden bei 40 bis 80 °C, vorzugsweise während mindestens 6 Stunden bei 50 bis 70 °C, unterwirft und schließlich die so erhaltene stabilisierte Aluminiumpaste auf einen Metallgehalt von 40 bis 80 Gew.-% einstellt.

Die Erfindung betrifft weiters die nach diesem Verfahren hergestellten stabilisierten Aluminiumpigmente und deren Verwendung zur Formulierung von wäßrigen und nichtwäßrigen Lackzubereitungen.

Durch dieses Verfahren wird eine Langzeitstabilisierung der Aluminiumpigmente in Wasserlacken auch unter extremen Bedingungen, wie bei pH-Werten über 9,5 und/oder Temperaturen um 40 °C und/oder bei Verwendung von Neutralisationsmitteln vom Typ der Alkanolamine, erreicht.

Die erfindungsgemäß stabilisierten Aluminiumpigmente können aber auch in nichtwäßrigen Lackzubereitungen eingesetzt werden, wo sie sich durch eine gute Chemikalienbeständigkeit (z. B. Unempfindlichkeit gegen Fingerschweiß) auszeichnen.

Die für das erfindungsgemäße Verfahren geeignete säurehärrende Bindemittelkombination besteht aus 60 bis 90 Gew.-% eines Hydroxylgruppen aufweisenden Harzes und aus 40 bis 10 Gew.-% einer Vernetzungskomponente, wobei sich die angegebenen Zahlen für die Gewichtsprozente immer auf den Feststoffgehalt der Bindemittel beziehen.

Als Hydroxylgruppen aufweisende Harze können gesättigte Polyesterharze, Alkydharze, Polyurethanharze, Acrylatcopolymerisate, Ppropfcopolymerisate und Phenolharze verwendet werden. Diese Bindemittel sollen eine Hydroxylzahl zwischen 30 und 200 haben, wobei Produkte mit primären Hydroxylgruppen bevorzugt werden.

Die Vernetzungskomponenten sind Aminoharze, wie Harnstoff-, Melamin- oder Benzoguanamin-Formaldehydharze, die vollständig oder teilweise mit Monoalkoholen verethert sind. Vorzugsweise sind es Melamin-Formaldehydharze, die vollständig oder teilweise mit C₁-C₄-Alkoholen verethert sind.

Die erfindungsgemäß eingesetzten Bindemittel sind dem Fachmann bekannt, es handelt sich um allgemein zugängliche Handelsprodukte.

Für die Nachbehandlung des gemäß der AT-PS 386 000 stabilisierten Aluminiumpigments werden, bezogen auf das Aluminiumpigment, 5 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 20 Gew.-%, der Bindemittelkombination eingesetzt.

Das mit dem Phosphorsäurederivat entsprechend der AT-PS 386 000 behandelte Metallpigment wird in aprotischen Lösemitteln, wie z. B. Diethylenglycoldimethylether, Methylisobutylketon, oder in aromatischen bzw. aliphatischen Kohlenwasserstoff-Lösemitteln, wobei letztere vorzugsweise nur anteilig in Kombination mit wassertoleranten Lösemitteln eingesetzt werden, aufgeschlämmt. Anschließend wird die Bindemittelkombination langsam und portionsweise zugesetzt. Die Mischung wird einer weiteren Reifung während 2 bis 24 Stunden bei 40 bis 80 °C, vorzugsweise während mindestens 6 Stunden bei 50 bis 70 °C, unterworfen. Zur Vermeidung von Agglomerationen ist es vorteilhaft, den Ansatz während der Reifungszeit zu rühren oder Ultraschall einwirken zu lassen.

Der Ansatz wird dann durch Absaugen, Abpressen oder Zentrifugieren vom Lösemittel befreit. Das stabilisierte Aluminiumpigment wird mit einem vorzugsweise wassermischbaren Lösungsmittel zur Reinigung aufgeschlämmt und ein zweites Mal abgesaugt, abgepreßt oder zentrifugiert, wobei, je nach Verfahren, eine Alupaste mit einem Metallgehalt von 40 bis 80 Gew.-% erhalten wird.

Die erfindungsgemäß hergestellten Aluminiumpigmentpräparationen sind im wäßrigen, alkalischen Milieu sehr gasungsstabil, d. h. die Bildung von Wasserstoff wird weitgehend unterbunden, und sie können daher vorteilhaft in wasserverdünnbaren Metalleffektlacken eingesetzt werden. Anwendungsgebiete sind Autolacke, sowohl Decklacke wie auch Basislacke, welche mit einem Klarlack überlackiert werden. Weiters können sie für die Formulierung von Effektlacken, wie von Hammerschlaglacken, verwendet werden. Es ist dabei von besonderem Vorteil, daß die Stabilisierung der Aluminiumpigmente in vielen Fällen mit den für den Lack vorgesehenen Bindemitteln durchgeführt werden kann.

Die nachfolgenden Beispiele erläutern die Erfindung, ohne sie zu beschränken. Alle Angaben in Teilen oder Prozenten beziehen sich, soweit nichts anderes angegeben ist, auf Gewichtseinheiten.

55 1. Bindemittelkomponenten

Die Kennzahlen (Herstellerangaben) der in den Beispielen verwendeten Bindemittelkomponenten sind in Tabelle 1 angeführt. Für die Lösemittel werden folgende Kurzbezeichnungen gebraucht:

	MPA	Methoxypropylacetat
	SA	aromatenereiches Lacklösemittel, Siedebereich 140 bis 160 °C, z. B. SHELLSOL ® A, SHELL
	BA	Butylacetat
	TB	Lackbenzin (mit einem Gehalt von 17 Gew.-% Arömaten), Siedebereich 140 bis 170 °C
5	X	Xylool
	IB	Isobutanol
	B	n-Butanol

2. Vorstabilisierung des Aluminiumpigments gemäß der AT-PS 386 000

- 10 Als Aluminiumpigment wird ein Produkt mit folgenden Kennwerten eingesetzt:
 MP I Handelsübliche Aluminiumpaste mit einem Feinheitsbereich zwischen 10 und 30 µm; Nonleaving-Type; Metallanteil 65 Gew.-%; Lösemittelanteil (inklusive Fett und Zusatzstoffe) 35 Gew.-%; Lösemittel: Testbenzin/Lösungsbenzol; durchschnittliche Teilchengröße (nach DIN 4190): 22 µm.
- 15 Die Vorstabilisierung erfolgt mit dem in der AT-PS 386 000 angegebenen Stabilisierungsmittel (A), welches in folgender Weise hergestellt wird:
 In einem mit Rührer, Thermometer, Wasserabscheider und Kühler ausgestatteten Reaktionsgefäß werden 114 Tl e-Caprolacton vorgelegt und unter Berücksichtigung der auftretenden Exothermie 116 Tl ortho-
 20 Phosphorsäure (handelsübliche 85%ige Lösung in Wasser = 1 Mol H₃PO₄) zugegeben. Nach Abklingen der Exothermie wird die Masse auf 200 °C erhitzt, wobei 18 Tl Wasser abdestilliert werden. Das klare und hellbraune Produkt weist eine Säurezahl von 650 mg KOH/g auf.
 25 100 Tl der Aluminiumpaste (entsprechend 65 Teilen Metall) werden in Gegenwart von 26 Tl Diethylenglykoldimethylether und 87,45 Tl Methylisobutylketon mit 3,25 Tl (5 Gew.-%, bezogen auf Metall) des Stabilisierungsmittels (A) gemischt und 6 Stunden unter Röhren bei Raumtemperatur gereift.

3. Beispiele 1 bis 7 und Vergleichsbeispiel V1

- 30 Es wird der derartig vorstabilisierten Aluminiumpigment-Aufschlämmung unter gutem Röhren langsam und portionsweise eine der in der Tabelle 2 angeführten Bindermittelkombinationen in der angegebenen Menge zugesetzt, 30 Minuten gerührt, und dann unter den ebenfalls in Tabelle 2 beschriebenen Bedingungen gereift. Nach Entfernung des Aufschlämmungsmittels durch Absaugen wird die Aluminiumpaste zur Reinigung in 50 Tl Butylglykol aufgeschlämmt und wiederum durch Absaugen vom Waschlösemittel befreit. Die zurückbleibende Aluminiumpaste weist einen nichtflüchtigen Anteil von 40 bis 80 Gew.-% auf, der in erster Näherung dem Metallgehalt gleichgesetzt werden kann. 24 Stunden nach der Stabilisierung wird die Pigmentstabilität nach folgender Methode geprüft:
 In einem thermo-stabilisierten Doppelwand-Erlenmeyer-Kolben (Innenvolumen 200 ml), der verschließbar ist und ein bis zum Boden des Kolbens reichendes Steigrohr (lichte Weite 4 mm, kalibriert in cm) aufweist, werden die 10 g Aluminium (Metall) entsprechende Menge der stabilisierten Aluminiumpaste, 20 g
 40 Methoxypropanol und 100 g einer wäßrigen Lösung von Natriumtetraborat (Na₂-B₄O₇) (0,024 molar) und Natriumhydroxid (NaOH) (0,002 molar zur Feineinstellung des pH-Werts auf 9,3) eingewogen.
 Die Mischung wird auf 60 °C erwärmt, bis zum Temperaturausgleich belüftet, denn gasdicht verschlossen und 24 Stunden bei 60 °C gehalten. Der Anstieg des Kolbeninhalts im Steigrohr wird in cm (über dem Flüssigkeitsspiegel) angegeben. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 2 zusammengefaßt. Als Vergleichsbeispiel (V1) dient die vorstabilisierte Aluminiumpaste.

Tabelle 1

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50

Hari	Hartztyp	Lieferform	Säurezahl mg KOH/g	Hydroxyzahl mg KOH/g	Viskosität (Lieferform) mPa.s	Handelsprodukt
A	Hydroxyfunktionelles Acrylharz für 2-Komponenten-Industrielacke	651ig in MPa.	unter 5	ca. 80	ca. 3500	VIACRYL SH 564 (1)
B	Hydroxylfunktionelles Acrylharz für Säten-Autodecklacke	601ig in SA/SA	ca. 16	ca. 85	ca. 1100	VIACRYL SC 311 (1)
C	Oxidativ trocknendes, mitcelöliges Alkydharz für Autoreparatur- und Maschinenlacke	551ig in TB	unter 15	ca. 60	ca. 15000	VIALKYD AF 474 (1)
D	Epoxydharzefktsäureester für Füller und Grundierungen	601ig in X	unter 6	ca. 150	ca. 14000	VIALKYD EF 935 (1)
E	Hydroxylgruppenhaltiges Fluor-copolymer für die Lackanwendung	501ig in AA	--	ca. 115	ca. 800	GENOFLOW VTF 812 (2)
F	Nichtplastifiziertes Melamin-formaldehydharz	601ig in IB	--	--	ca. 1000	VITAMIN MF 514 (1)
G	Nichtplastifiziertes Harnstoff-formaldehydharz	701ig in IB	--	--	ca. 22000	VITAMIN HF 164 (1)
H	Nichtplastifiziertes Benzoguanaminhärz	721ig in B	--	--	ca. 200	NAPRENAL MF 980 (2)
I	Nichtplastifiziertes Melamin-formaldehydharz	551ig in IB	--	--	ca. 450	NAPRENAL MF 650 (2)

(1) Hersteller: VIANOVA KUNSTHARZ AG, Österreich

(2) Hersteller: HOECHST AG, BRD

Die Typennamen sind registrierte Markenbezeichnungen

Tabelle 2

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Beispiel	Bindemittelkombination			Reifung Std / °C	Prüfung Gasentwicklung Steighöhe cm
	Hydroxyl- Komponente (II)	Vernetzungs- komponente (III)	Verhältnis (II) : (III)		
1	A	F	80 : 20	10 Std	12/60
2	B	F	75 : 25	30 Std	8/70
3	C	G	80 : 20	10 Std	4/80
4	D	H	60 : 40	15 Std	24/60
5	E	I	70 : 30	12 Std	24/40
6	A	F	75 : 25	5 Std	12/60
7	A	I	80 : 20	20 Std	12/60
					über 30 Std (vollständig zersetzt)
VI					

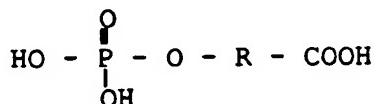
bezogen auf den Feststoffgehalt der Bindemittel

55 Patentansprüche

1. Verfahren zur Stabilisierung von Aluminiumpigmenten, wobei man das Aluminiumpigment, gegebenenfalls in Gegenwart eines Netzmittels und/oder organischer Lösungsmittel und/oder von Wasser, mit 0,1 bis

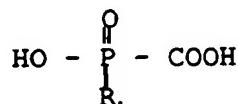
10 Gew.-%, vorzugsweise mit 1 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Aluminiumpigment, ein s gegebenenfalls (teil)neutralisierten Carboxyalkylenphosphorsäureesters der Formel

5



10 und/oder einer Carboxyalkylenphosphonsäure und/oder einer Carboxyalkylenphosphinsäure der Formel

15



wobei R einen unverzweigten oder verzweigten, gegebenenfalls halogensubstituierten Alkylenrest mit 2 bis 17 C-Atomen und R₁ eine Hydroxylgruppe oder ein Wasserstoffatom bedeutet, mindestens 30 Minuten bei Raumtemperatur mischt und den Ansatz anschließend mindestens 12 Stunden bei Raumtemperatur reifen läßt, gemäß der AT-PS 386 000, dadurch gekennzeichnet, daß man ein derart vorbehandeltes Aluminiumpigment mit vorzugsweise aprotischen Lösemitteln auf einen Metallgehalt von 10 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise von 20 bis 30 Gew.-%, verdünnt bzw. aufschlämmt, anschließend langsam und portionsweise 5 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Metallpigment, einer säurehärtenden Bindemittelkombination, welche aus 60 bis 90 Gew.-% eines Hydroxylgruppen - entsprechend einer Hydroxylzahl zwischen 30 und 200 mg KOH/g - aufweisenden Harzes und aus 40 bis 10 Gew.-% einer Vernetzungskomponente auf der Basis eines Aminoharzes besteht, wobei sich die angegebenen Zahlen für die Gewichtsprozente jeweils auf den Feststoffgehalt der Bindemittel beziehen, zugibt, die Mischung einer weiteren Reifung während 2 bis 24 Stunden bei 40 bis 80 °C, vorzugsweise während mindestens 6 Stunden bei 50 bis 70 °C, unterwirft und schließlich die so erhaltene stabilisierte Aluminiumpaste auf einen Metallgehalt von 40 bis 80 Gew.-% einstellt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Hydroxylgruppen aufweisendes Harz ein gesättigtes Polyesterharz oder ein Alkydharz oder ein Polyurethanharz oder ein Acrylatcopolymerisat oder ein Ppropfcopolymerisat oder ein Phenolharz oder Mischungen derartiger Harze einsetzt.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Vernetzungskomponente ein oder mehrere, mit Monoalkoholen vollständig oder teilweise veretherte Harnstoff- und/oder Melamin- und/oder Benzoguanamin-Formaldehydharze einsetzt.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man als Vernetzungskomponente ein Melamin-Formaldehydharz einsetzt, dessen Methyolgruppen vollständig oder teilweise mit C₁-C₄-Monoalkoholen verethert sind.
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man den Ansatz während der Reifungszeit röhrt und/oder Ultraschall einwirken läßt.
6. Verwendung der nach den Ansprüchen 1 bis 5 hergestellten stabilisierten Aluminiumpigmente zur Formulierung von wäßrigen und nichtwäßrigen Lackzubereitungen.

50

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 93 11 1962

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kenzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrieb Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.CLS)
A	EP-A-0 206 140 (VIANOVA KUNSTHARZ) * Ansprüche 1-7 *	1,6	C09C1/64 C09D17/00 C09D7/12
D	& AT-A-386 000 ---		
A	FR-A-2 518 560 (VIANOVA KUNSTHARZ) ---		
A	US-A-4 808 231 (T. KONDIS ET AL.) ---		
A	EP-A-0 133 644 (ALUMINUM COMPANY OF AMERICA) ---		
A	EP-A-0 240 367 (TOYO ALUMINIUM) ---		
A	GB-A-2 053 258 (ASAHI KASEI KOGYO) -----		
RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.CLS)			
C09C			
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchiert DEN HAAG	Abschlußdatum der Recherche 9. November 1993	Praktiker VAN BELLINGEN, I	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundzüge E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderer Gründen angeführtes Dokument A : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : schriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			

L2: Entry 1 of 3

File: DWPI

Feb 2, 1994

DERWENT-ACC-NO: 1994-036496

DERWENT-WEEK: 199405

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Stabilisation of aluminium pigment for use in aq. or non-aq. lacquer - by treatment with carboxy-alkylene-phosphate, phosphonic or phosphinic acid then acid-hardening hydroxylated resin binder contg. aminoplastics.

INVENTOR: WILFINGER, W

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE	CODE
VIANOVA KUNSTHARZ AG	VIAN

PRIORITY-DATA: 1992AT-0001547 (July 30, 1992)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
EP 581235 A1	February 2, 1994	G	008	C09C001/64
AT 399160 B	February 15, 1995		000	C09C001/64
AT 9201547 A	August 15, 1994		000	C09C001/64
DE 59300426 G	September 7, 1995		000	C09C001/64
EP 581235 B1	August 2, 1995	G	009	C09C001/64
ES 2077457 T3	November 16, 1995		000	C09C001/64

DESIGNATED-STATES: AT BE DE ES FR GB IT AT BE DE ES FR GB IT

CITED-DOCUMENTS: EP 133644; EP 206140 ; EP 240367 ; FR 2518560 ; GB 2053258 ; US 4808231

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
EP 581235A1	July 27, 1993	1993EP-0111962	
AT 399160B	July 30, 1992	1992AT-0001547	
AT 9201547A	July 30, 1992	1992AT-0001547	
DE 59300426G	July 27, 1993	1993DE-0500426	
DE 59300426G	July 27, 1993	1993EP-0111962	
DE 59300426G		EP 581235	Based on
EP 581235B1	July 27, 1993	1993EP-0111962	
ES 2077457T3	July 27, 1993	1993EP-0111962	
ES 2077457T3		EP 581235	Based on

INT-CL (IPC): C09C 1/64; C09D 7/12; C09D 17/00

ABSTRACTED-PUB-NO: EP 581235A

BASIC-ABSTRACT:

Stabilisation of Al pigments (I) involves mixing (I) with 0.1-10 (pref. 1-5) (wt.-% opt. (partly) neutralised carboxyalkylene phosphate ester of the formula $(HO)_2P(=O)-O-R-COOH$ (IIA) and/or carboxyalkylene phosphonic acid and/or carboxyalkylene phosphinic acid of the formula $HO-P(O)(R_1)-COOH$ (IIB); R = 2-18C (halo) alkylene; R₁ = OH or H; for at least 30 min. at room temp. opt. in the presence of a wetting agent, organic solvent and/or water, and conditioning the mixt. at room temp. for at least 12 h as in AT-386000.

The novel features are that: (a) (I) pretreated in this way is diluted or made into a paste with a metal content of 10-40 (pref. 20-30) % with aprotic solvent; then (b) treated slowly and in

portions with 5-40, (pref. 10-20)% acid-hardening binder combination of 60-90% resin (III) contg. OH gps. (corresp. to OH no. 30-200 mg KOH/g) and 40-10% aminoplastics (IV) as crosslinker; (c) conditioned 2-24 h at 40-80 deg.C pref. at least 6 h at 50-70 deg.C; and finally (d) adjusted to a metal content of 40-80 %.

USE/ADVANTAGE - Stabilised (I) are used for formulating aq. non-aq. lacquers (claimed). They are esp. useful in water-dilutable metallic-top and base-coat lacquers for cars and special effect lacquers, e.g. hammer-finish lacquers. The stabilised (I) are stable for long periods in lacquers, even under extreme conditions, since the treatment suppresses H₂ formation in aq. alkaline medium.

ABSTRACTED-PUB-NO:

EP 581235B

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

Process for stabilising aluminium pigments in which the aluminium pigment, optionally in the presence of a wetting agent and/or organic solvents and/or water is mixed at room temperature for at least 30 minutes with from 0.1 to 10% by weight, preferably from 1 to 5% by weight base on the aluminium pigment, of an optionally (partially) neutralised carboxyalkylenephosphoric ester of the formula (I) and/or a carboxyalkylenephosphonic acid and/or a carboxyalkylenephosphinic acid of the formula (II), where R is an unbranched or branched, optionally halogen-substituted alkylene radical having 2 to 17 carbon atoms and R₁ is a hydrox group or a hydrogen atom, and the batch is then allowed to age at room temperature for at least 12 hours, characterised in that an aluminium pigment pretreated in this way is diluted or suspended with preferably aprotic solvents to or at a metal content of from 10 to 40% by weight preferably from 20 to 30% by weight, then from 5 to 40% by weight, preferably from 10 to 20% by weight, based on the metal pigment, of an acid-curing binder combination which comprises from 90% by weight of a resin containing hydroxyl groups - corresponding to a hydroxyl number between 30 and 200 mg of KOH/g and from 40 to 10% by weight of an amino resin-based crosslinking component, the figures indicated for the percentages by weight being based in each case on the solids content of the binders, is added slowly and in portions, the mixture is subjected to additional ageing at from 40 to 80 deg.C for from 2 to 24 hours, preferably from 50 to 70 deg. for at least 6 hours, and finally the stabilised aluminium paste obtained in this way is adjusted to a metal content of from 40 to 80% by weight.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0 Dwg.0/0

TITLE-TERMS: STABILISED ALUMINIUM PIGMENT AQUEOUS NON AQUEOUS LACQUER TREAT CARBOXY ALKYLENE PHOSPHATE PHOSPHONIC ACID ACID HARDEN HYDROXYLATED RESIN BIND CONTAIN AMINOPLASTIC

DERWENT-CLASS: A21 A60 E11 G01

CPI-CODES: A05-B01; A08-E02; A08-M01A; A12-B01; A12-T05; E05-G09D; G01-A10; G01-A12A; G02-A03D

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

B415 B701 B711 B712 B720 B760 B791 B815 B831 M280
M320 M411 M510 M520 M530 M540 M781 M903 M904 Q332

Q333 Q620

Markush Compounds

199405-A8201-U

Registry Numbers

1278P 1544S 1732U 1532P 1779P 0517U 0843U 1926S 1966S 1036U
0758U 1784U

Chemical Indexing M3 *02*

Fragmentation Code

B415 B701 B713 B720 B815 B831 H600 J0 J011 J1
J171 M280 M311 M312 M313 M314 M315 M316 M321 M331
M332 M333 M342 M343 M362 M381 M391 M411 M510 M520
M530 M540 M620 M781 M903 M904 Q332 Q333 Q620

Markush Compounds

199405-A8202-U

Registry Numbers

1278P 1544S 1732U 1532P 1779P 0517U 0843U 1926S 1966S 1036U
0758U 1784U

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 0001U; 0123U ; 0859U ; 5007U